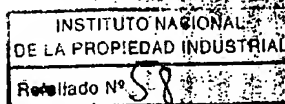


Patente 250022

**-REIVINDICACION-**

1.- Una fibra de polipropileno para reforzar cemento, caracterizada porque comprende un hilo estirado de polipropileno altamente cristalino que tiene una resistencia a la rotura de la fibra de por lo menos 6 g/denier y que tiene $Q < 5$, $97 < HI < 100$ y $94 < IPF < 100$, en donde Q representa la proporción de peso molecular promedio de peso a peso molecular promedio de número; HI representa el contenido de insolubles de n-heptano en ebullición, en porcentaje en peso, e IPF representa la fracción de pentada isotáctica en % molar; comprendiendo la fibra de 0.05 a 10 por ciento en peso de un agente hidrofílizante, que es insolubilizado sobre la superficie de la fibra haciéndolo reaccionar con iones calcio.

INSTITUTO NACIONAL
DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL
Registro No. 59



Memoria Descriptiva

de la Patente de Invención

Sobre

"FIBRA DE POLIPROPILENO PARA REFORZAR CEMENTO"

Solicitada por

DAIWABO CREATE CO., LTD., residente en 7-go, 3-banjo
Tosabori 1-chome, Nishi-ku, Osaka, 550 Japón.

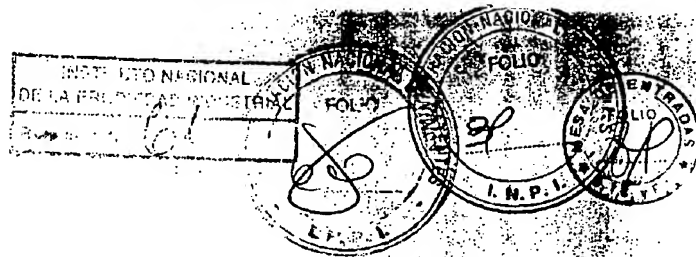
Por el plazo de QUINCE años

INSTITUTO NACIONAL
DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL
Registro N° 60



Esta invención se refiere a un cemento reforzador extremadamente fuerte, que está dispersado uniformemente en una lechada de cemento, sin que tenga fibras flotadoras, y también tiene excelente sedimentación en la lechada de cemento.

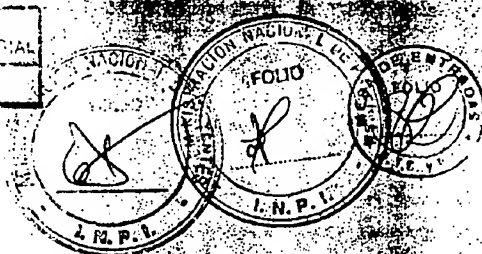
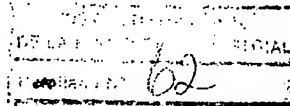
Se ha usado el asbesto como una fibra reforzadora para el cemento que es excelente en cualidades tales como la resistencia mecánica, y que es de bajo costo. Sin embargo, se han propuesto diversas clases de fibras inorgánicas y de fibras sintéticas que pueden sustituir al asbesto en el refuerzo del cemento. Esto es ventajoso, ya que el asbesto ha provocado muchos problemas ambientales.



Por ejemplo, el uso de fibras de vidrio, de fibras de poliéster, de fibras de polipropileno, de poliamida aromática y fibras acrílicas, fue descrito en las patentes japonesas mantenidas abiertas Sho (Tokkaisho) No. 49-98424 (1974), No. 49-104917 (1974), No. 49-104918 (1974), No. 61-86452 (1986), No. 62-171952 (1987). En general, la estructura de los artículos de cemento, que están formados mediante métodos convencionales, tales como la formación con papel húmedo, la extrusión o el colado con fibras reforzadoras, anteriormente mencionadas, son relativamente densos por prensado a alta presión o curados bajo diversas clases de condiciones, a fin de mejorar la resistencia física de los artículos de cemento. Se puede efectuar de manera natural la curación mediante vapor o con un autoclave. La curación natural requiere de un tiempo de curación prolongado, de más de 14 días. Por otra parte, la curación en autoclave, que se efectúa a una temperatura elevada, de más de 140°C, es ventajosa, ya que la curación dura sólo de 12 a 18 horas, normalmente.

Bajo condiciones alcalinas, las fibras reforzadoras, tales como las fibras de poliéster, las fibras de vinilo, las fibras de poliamida y las fibras acrílicas, sufren cambios químicos y se vuelven frágiles cuando curan a las temperaturas altas mencionadas arriba.

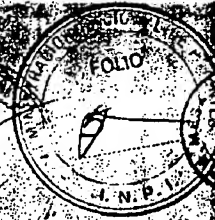
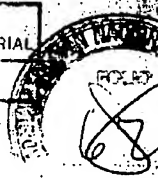
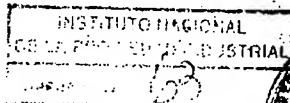
Además, aun las fibras de vidrio resistentes a los álcalis pueden volverse frágiles cuando se curan en las



temperaturas elevadas mencionadas arriba. Las fibras que pueden resistir la curación a las temperaturas elevadas son fibras de poliolefina alcalina resistentes al calor, tales como poli-4-metilpenteno-1.

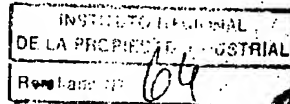
Sin embargo, las fibras de polipropileno convencionales generalmente son polipropileno cristalino que tiene $96 < \text{IPF} < 94$ y que tiene una resistencia normal de 5 a 6 g/d, siendo HI el contenido de insolubles en heptano de punto de ebullición normal, en % en peso, y siendo IPF la fracción de pentada isotáctica en porcentaje molar. Además, se sabe generalmente que el estiramiento de la fibra en estado seco, que se efectúa a alrededor de 150°C , con polipropileno que tiene un valor relativamente bajo de α , alrededor de 1, se efectúa a fin de mejorar la propiedad de estiramiento del polipropileno. Sin embargo, el polipropileno, que es estirado por la práctica de estiramiento en seco, tiene resistencia de 7.5 g/d. al máximo. Como el polipropileno tiene resistencia inferior a las demás fibras, generalmente está limitado a ser usado como una fibra reforzadora para el cemento.

La fibra de polipropileno, que está hecha de fibra de polipropileno sumamente cristalino, es descrita en las patentes japonesas mantenidas abiertas Sho (Tokkaisho) No. 60-59113 (1985), No. 62-41331 (1987). Existe un problema ya que las fibras de polipropileno mencionadas arriba tienen una resistencia baja a la rotura de las fibras. Además, en el

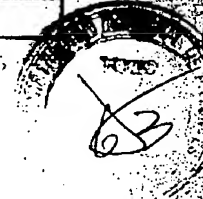


pasado, se usó principalmente el polipropileno altamente cristalino en moldes por inyección. Y el polímero que poseía una amplia distribución de peso molecular, teniendo \bar{Q} un valor de más de 6, fue puesto en el mercado a fin de prevenir la contracción térmica. La resina tenía un valor elevado de \bar{Q} y también tenía el mismo valor de orientación por estiramiento que el polipropileno convencional. Sin embargo, el polipropileno convencional ha sido inferior a otras fibras sintéticas en la resistencia. Recientemente, se han mejorado notablemente en resistencia otras fibras sintéticas. En comparación con las fibras sintéticas mejoradas anteriormente, la resistencia del polipropileno convencional ha declinado relativamente. Se requiere la mejora en la resistencia de las fibras de polipropileno en el campo de las fibras de polipropileno en el campo de las fibras cortas reforzadoras para cemento, que requieren primariamente resistencia física. Sin embargo, en la actualidad, no se han obtenido fibras cortas reforzadoras para cemento que posean las propiedades requeridas.

A fin de solucionar los problemas de la técnica anterior anteriormente mencionados, esta invención está destinada a obtener fibra de polipropileno, extremadamente fuerte, utilizando polipropileno sumamente cristalino que tiene



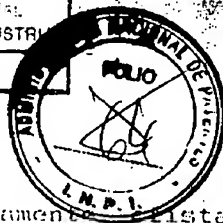
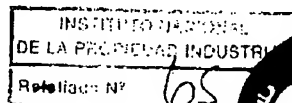
6



una distribución específica de peso molecular y pocos componentes de baja cristalinidad y de estereo-regularidad extremadamente alta. Esta invención también está dirigida a obtener la resistencia física de la fibra reforzadora para usarla en artículos sólidos formados de cemento cuyas superficies son tratadas con una sal fosfato de alquilo que son curadas naturalmente o por autoclave, especialmente, las fibras reforzadoras para cemento cuya resistencia al impacto Charpy puede ser mejorada drásticamente.

Para solucionar el asunto mencionado arriba, una fibra de polipropileno para reforzar cemento que comprende un hilo estirado de polipropileno altamente cristalino, que tiene una resistencia a la rotura de la fibra de 6 g/denier o más, y que tiene $Q < 5$, $97 < HI < 100$ y $94 < IPF < 100$, en donde Q representa la proporción de peso molecular promedio de peso a peso molecular promedio de número, HI representa el contenido de insolubles en n-heptano en ebullición, en porcentaje en peso, e IPF representa la fracción de pentada isotáctica en porcentaje molar; comprendiendo dicha fibra de 0.05 a 10 por ciento en peso de un agente hidrofizante, que está insolubilizado sobre la superficie de la fibra, haciéndola reaccionar con iones calcio.

Se prefiere en esta invención que las fibras posean una resistencia a la rotura de la fibra de 9 g/denier o más.



hechas de polipropileno altamente cristalino que tienen $Q < 4.5$, $HI \geq 98$ e $IPP \geq 96$.

Se prefiere, en esta invención, que el agente hidrofilizante sea una sal de metal alcalino de fosfato de alquilo con 8 a 18 átomos de carbono.

Se prefiere, en esta invención, que la finura de fibra esté en la escala de $0.5 < d < 20$ (en donde d es denier).

Se prefiere, en esta invención, que la longitud de la fibra varíe de 2 a 15 mm.

Se prefiere, en esta invención, que la longitud de la fibra varíe entre 5 y 10 mm.

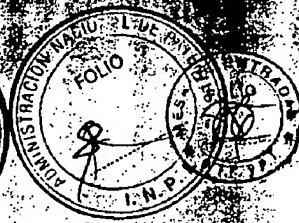
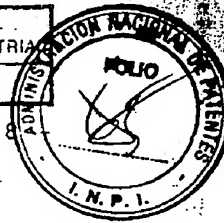
Es preferible, en esta invención, que una sección de la fibra sea sustancialmente circular o irregular, sustancialmente con sección transversal en forma de X, o con sección transversal irregular, sustancialmente en forma de Y.

Se prefiere en esta invención que la fibra esté rizada, formada por rizamiento.

Se prefiere en esta invención que la fibra comprenda cargas.

La figura 1 (a) muestra una fibra típica de polipropileno a la cual se unió una sal de metal alcalino de fosfato de alquilo; en la superficie de la fibra, en una modalidad preferida de esta invención.

INSTITUTO NACIONAL DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL
Registro N° 66



La figura 1. (b) muestra una vista en sección transversal de la fibra de polipropileno mostrada en la figura 1(a).

La figura 2 (a) muestra una fibra típica de polipropileno en la cual se unió una sal de metal alcalino de fosfato de alquilo a la superficie de la fibra, en una modalidad preferida de esta invención.

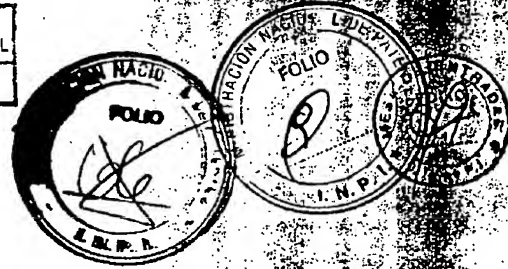
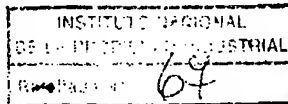
La figura 2 (b) muestra una vista en sección transversal de una fibra de polipropileno mostrada en la figura 2(a).

La figura 3(a) muestra una fibra típica de polipropileno en la cual se unió una sal de metal alcalino de fosfato de alquilo a la superficie de la fibra, en una modalidad preferida de esta invención.

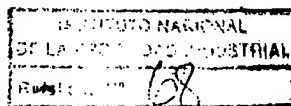
La figura 3(b) muestra una vista en sección transversal de fibra de polipropileno mostrada en la figura 3(a).

La figura 4(a) muestra una fibra de polipropileno típica en la cual una sal de metal alcalino de fosfato de alquilo fue unida a la superficie de la fibra en una modalidad preferida de esta invención.

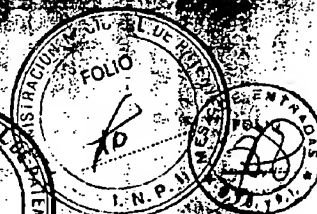
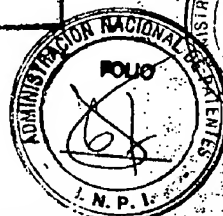
La figura 4 (b) muestra una vista en sección transversal de la fibra de polipropileno mostrada en la figura 4(a).



De acuerdo con la invención, las fibras de polipropileno poseen elevada resistencia a la rotura de las fibras y se obtiene buena afinidad al cemento. Como el polipropileno tiene una distribución estrecha de peso molecular, $Q < 5$, y se regula el peso molecular, puede reforzarse extremadamente por estiramiento. Como el propileno tiene $97 < HI < 100$, $94 < IPF < 100$, tiene pocos componentes de baja cristalinidad y tiene una estereo-regularidad extremadamente elevada, y se mejora la orientación del polipropileno mediante el método de estiraje en seco, que estira el polipropileno a alta temperatura (lo que no constituye la anastomosis del componente) y a una elevada proporción de estiramiento. Además, el polipropileno es sustancialmente una fibra hidrófoba y tiene una elevada estabilidad química, y puede resistir la alcalinidad fuerte del cemento y también la curación con calor. Por razones similares, el polipropileno no se deteriora durante un periodo prolongado. Además, de acuerdo con la invención, la resistencia de las fibras reforzadoras para los artículos de cemento formados, cuya superficie es tratada con la sal fosfato de alquilo y se curan naturalmente o se curan en un autoclave, se puede mejorar. En particular, se puede obtener la fibra reforzadora para cemento, cuya resistencia al impacto Charpy también esté mejorada.

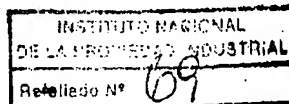


10

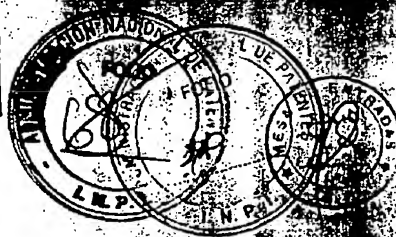


De conformidad con la invención, se encontró que la rigidez de la fibra reforzadora contribula a la resistencia de los artículos formados de cemento, con base en la idea convencional de que el uso de fibra que tiene elevada resistencia a la rotura, como fibra de refuerzo para cemento, puede mejorar la resistencia física de artículos de cemento formados. A fin de poder llegar al descubrimiento anteriormente mencionado, de acuerdo con la invención, se cristalizó fuertemente la fibra de polipropileno como una fibra de refuerzo, en comparación con el polipropileno convencional. Además, a fin de aumentar la afinidad con los artículos de cemento formados, se unió una sal de metal alcalino de fosfato de alquilo, a la superficie de la fibra de polipropileno. La mejora de la superficie de la fibra tiene un efecto no solamente sobre la afinidad en el mezclado de cemento, sino también sobre los artículos de cemento formados. Por lo tanto, la mejora de la superficie de la fibra puede mantener buena resistencia durante un periodo prolongado al prevenir la separación entre la superficie de la fibra y la superficie del cemento.

De acuerdo con la invención, se puede obtener un hilo extremadamente fuerte, que tiene pocos componentes de baja cristalinidad; que previenen la orientación cristalina durante el estiramiento, y que tiene un contenido mayor de insolubles en n-heptano en ebullición, como porcentaje en peso, que el



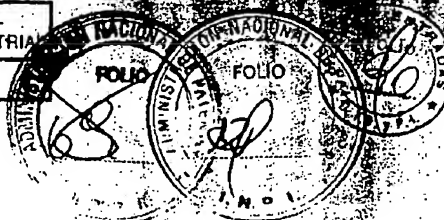
11 -



polipropileno convencional, y que tiene una estereo-regularidad excelente al incrementar la fracción de pentada isotáctica en porcentaje molar, en comparación con el polipropileno convencional, y una disminución en el valor Q (la proporción del peso molecular promedio de peso al peso molecular promedio de número), drásticamente en comparación con el polipropileno altamente cristalizado, convencional, con una proporción de estiramiento incrementada.

De acuerdo con la invención, es un aspecto del polipropileno extremadamente fuerte que esté hecho del polipropileno que está cristalizado con elevada orientación, en comparación con el polipropileno convencional. De preferencia, se debe mantener una temperatura de hilatura en fusión de la fibra, relativamente baja, a fin de reducir el enredamiento o cortado de las moléculas como en la manera convencional de formar polipropileno. De preferencia, se ha de estirar el polipropileno extremadamente fuerte a una elevada proporción de estiramiento, a la máxima temperatura posible para que esté cristalizado con elevada orientación. De acuerdo con la invención, se puede obtener polipropileno que tiene más de 6 g/d de resistencia a la rotura, que no podría ser obtenido mediante la producción a gran escala de polipropileno convencional, como una sola fibra. Es bastante posible que el polipropileno que tenga resistencia a la rotura de más de 6 g/d

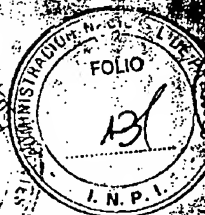
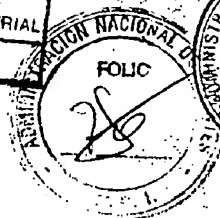
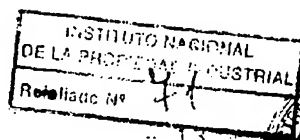
INSTITUTO NACIONAL DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL	
Revisado N°	40
12 -	



g/d, estirando de preferencia a las condiciones mencionadas arriba.

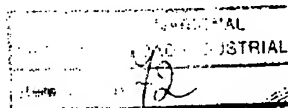
De acuerdo con la invención, la fibra de polipropileno extremadamente fuerte contiene inicialmente un agente, la sal normal alcalina de fosfato de alquilo, que ha sido hecha prácticamente insoluble sobre la superficie de la fibra al hacerla reaccionar con ion calcio. Cuando se pone el polipropileno en una lechada de cemento, el agente detiene los granos del cemento alrededor del agente, y el agente se vuelve insoluble sobre la superficie de las fibras. La mezcla del agente y los granos de cemento cubre la superficie de la fibra y se une a ella. Como resultado, la fibra de polipropileno queda hidrofiliada y la propiedad hidrófila de la fibra de polipropileno se puede mantener.

Por consiguiente, al agitar, no están unidas burbujas de aire a la fibra de polipropileno extremadamente fuerte y la fibra mencionada arriba está dispersada uniformemente en la lechada de cemento. Esto previene que la fibra flote y el polipropileno mencionado arriba esté contenido uniformemente en los artículos sólidos de cemento. Como resultado, se mezcla homogéneamente la fibra y se puede obtener el efecto fijo de la fibra reforzadora. Además, de acuerdo con la invención, se puede mejorar la elevada afinidad y la característica adhesiva entre una composición de cemento y la superficie de la fibra. De acuerdo con la invención, se usa un polipropileno estirado.

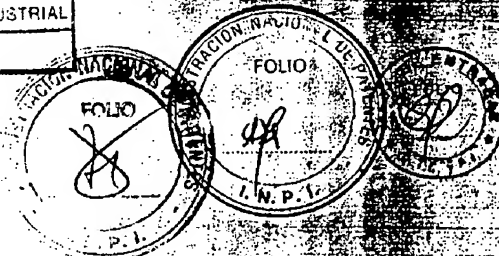


altamente cristalino, que tiene $Q < 5$, de preferencia $Q < 4.5$, $97 < HI < 100$, de preferencia $95 \leq IPF$. Y la fluidez de la fusión del polipropileno está en una escala de $1 < MFR < 100$; de preferencia $5 < MFR < 30$ y, mejor aún, $10 < MFR < 20$. (MFR es el acrónimo de las palabras del inglés Melt Flow Range, que significan escala de flujo en fusión, y se toma como g/10 minutos, JIS-K-7210, carga 2,169 kg, medida a temperatura de 230°C). La densidad del polipropileno es de alrededor de 0.905 en el estado de pella de material prima, que es el mismo valor para el polipropileno convencional. Adicionalmente, se mide el IPF con respecto al componente insoluble en n-heptano, de acuerdo con Macromolecular, Vol. 6, 925 (1973) o vol. 8, 687 (1975).

La temperatura de hilatura en fusión de la fibra debe ser mantenida relativamente baja, a fin de reducir el enredamiento o retorsión de las moléculas dentro de la escala de temperatura en la que no se daña la estereo-regularidad. Dicha temperatura, de preferencia, está en la escala de 260°C a 280°C . Se estira la fibra en un proceso de secado con rodillo caliente, preferiblemente a 140°C - 150°C para mejorar el desempeño de estiramiento en la medida de lo posible. Preferiblemente, la fibra es estirada para la producción. Después de estirar el polipropileno, de acuerdo con la invención, el agente aceitoso que contiene la sal de metal alcalino de fosfato de alquilo es conferido al polipropileno y



14



es cortado a longitud fija. Antes de cortar, se puede conferir un rizo al polipropileno, de ser necesario. Cuando se rizan las fibras, es preferible rizar usando una caja prensadora, por ejemplo, 2.5 o 3 veces para cada fibra corta.

Los ejemplos medidos de factores respectivos que se definen en la invención serán explicados ahora.

(1) La proporción de peso molecular promedio de peso se mide, por ejemplo, usando el método de difusión de luz, el método de viscosidad, el método ultracentrífugo, en la fórmula:

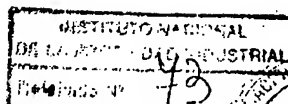
$$M_w = \frac{\left[\sum N_i M_i^2 \right]}{\left[\sum N_i M_i \right]}$$

(2) Se mide el peso molecular promedio de número, por ejemplo, usando el método de determinación de grupo extremo, el método de disminuir el punto de congelación, o el método de presión osmótica, en la fórmula:

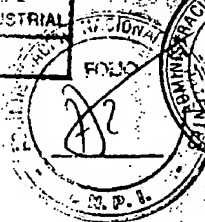
$$M_n = \frac{\left[\sum N_i M_i \right]}{\left[\sum N_i \right]}$$

En general, la proporción de peso molecular promedio de peso/peso molecular promedio de número es usada como la escala para el grado de dispersiones múltiples y, cuando este valor es mayor que 1 (dispersión única), la curva de distribución de peso molecular se vuelve más amplia. El valor también es más alto en el polímero ramificado en multiplicidad.

En el siguiente ejemplo, se midió \bar{M}_w/\bar{M}_n usando la cromatografía por permeación en gel (CPG).



15



- (a) Máquina medidora: CLA/CPG, tipo 150c, Waters Laboratory Co.
- (b) Columna: TSK-GER GMI16-HT (tipo alta temperatura)
- (c) Solvente: ortodichlorobenceno (ODCB)
- (d) Temperatura: 135°C
- (e) Detector: Refractómetro térmico diferencial
- (f) Volumen de solvente que fluye: 1 ml/min.

Bajo las condiciones anteriores, una muestra de polipropileno altamente cristalino produjo los siguientes resultados:

CUADRO 1

Polímero	Mn	Mw	Q(Mn/Mw)	MFR (g/10 min)
Polipropileno altamente cris- talino	40,000	140,000	3.5	1.5

en donde:

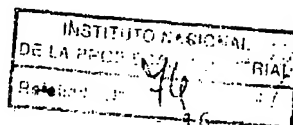
Mw = peso molecular promedio de peso,

Mn = peso molecular promedio de número,

Q = la proporción Mw/Mn

MFR = la escala de flujo de fusión.

(3) HI o el material insoluble en heptano normal se mide disolviendo completamente 5 g de una muestra de polipropileno en 500 ml de xileno en ebullición, cargando la mezcla en 5 litros de metanol para recuperar el precipitado, secándolo y extrayendo en n-heptano en ebullición durante 24 horas de acuerdo con el proceso de Soxhlet, para obtener un



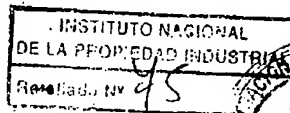
residuo de extracción. Se mide η_{inh} con respecto al componente insoluble en n-heptano de acuerdo con Macromolecular Handbook, editado por Japan Chemical Analysis Society, Asakura-shoten, página 253, (1980).

(4) Se mide la IPP, o sea, la fracción de pentada isotáctica en el material insoluble en n-heptano, de acuerdo con el método propuesto en "Macromolecular", vol. 6, 925 (1973) y vol. 8, 697 (1975).

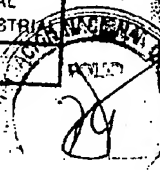
(5) Se mide la escala de flujo de fusión (MFR) a 230°C mediante el régimen de paso por boquilla (unidad: g/10 min, JIS K7210, carga 2,169 kg).

De conformidad con la invención, se pueden cortar las fibras a una longitud no uniforme, en una escala de 2 a 15 mm, de preferencia, la longitud de la fibra varía entre 5 y 10 mm. La sección de la fibra puede ser circular o de una forma irregular, tal como forma de X o de Y.

Una sal fosfato de alquilo es un éster monoalquílico o un éster dialquílico con 8 a 18 átomos de carbono. De preferencia, se usa una sal de sodio o de potasio. Además de la sal fosfato de alquilo anteriormente mencionada, se puede usar como éster monoalquílico o éster dialquílico una sal alcalina, una sal alcalino-térrea otros metales que no sean insolubles. Una sal de calcio es insoluble y se puede obtener una solución de sal de calcio. Así pues, la sal de calcio no está unida a la superficie de las fibras. Los grupos alilo



- 17 -

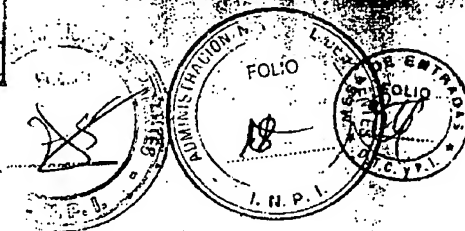


normales y los grupos alquilo desnaturalizados pueden ser usados. Por ejemplo, se puede usar un grupo alquilo que tenga varias divergencias o un grupo alquilo que comprenda una ligadura polarizable, excepto por una ligadura de carbono a carbono, tal como una ligadura éter o un grupo alquilo que comprenda un grupo con ligadura polarizable en la porción de cadena. Adicionalmente, no se prefiere un grupo alquilo hidrófilo ya que un grupo alquilo hidrófilo previene la insolubilidad del compuesto formado mencionado antes.

Si el contenido de la sal de metal alcalino fosfato de Alquilo es inferior a 0.05 por ciento en peso es menor que 0.05 por ciento en peso, la dispersión de la fibra es insuficiente, pero si es mayor que 10 por ciento en peso, el efecto de la misma no se mejora. Las figuras 1(a) y (b) muestran una fibra típica de polipropileno 1, en la que está unida una sal de metal alcalino 2 fosfato de n-alquilo a la superficie de la fibra, en una modalidad preferida de esta invención. Las figuras 2 (a) y (b) muestran una fibra típica de polipropileno en la que está unida una pequeña cantidad de una sal 2 de metal alcalino fosfato de n-alquilo a la superficie de la fibra, en una modalidad preferida de esta invención. Las figuras 3(a) y (b) muestran una fibra típica de polipropileno 1 que tiene unida una sal 2 de metal alcalino de fosfato de n-alquilo uniformemente a la superficie de la fibra en una modalidad preferida de la invención. Las figuras 4(a) y

ADMINISTRACION DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL
Revolucion N° 46

- 18 -



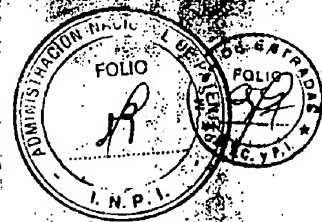
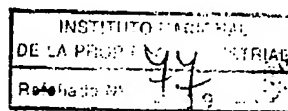
(b) muestran una fibra de polipropileno típica 1 con una cantidad mayor de sal 2 de metal alcalino de fosfato de n-alquilo unida a la superficie de la fibra, en una modalidad preferida de esta invención.

Se añaden las fibras de polipropileno en una cantidad de 0.3% a 5% en peso con respecto a la matriz de cemento seca. Cuando el contenido de fibra es inferior a 0.3 por ciento en peso, no se obtiene el efecto reforzador y, cuando es mayor que 5 por ciento en peso, se disminuye repentinamente la resistencia a la flexión de la composición mixta.

Se describirá ahora la invención en lo que sigue con más detalle.

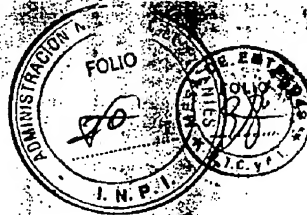
EJEMPLOS 1 A 10 Y EJEMPLOS COMPARATIVOS 1 A 9

Se fundieron 310 kg de pellas de resina de polipropileno mostradas en el cuadro 2, y se hilaron a 275°C (la temperatura más caliente del extrusor) durante 24 horas consecutivas, sustancialmente, se fundió y se hiló una sola fibra que tenía una sección circular a 7 denier de finura de fibra única. Se obtuvo una finura total de fibra de 3000 deniers con un borde no estirado. Un haz del reborde mencionado arriba, que se reunió en 25 latas, fue estirado en un proceso seco en rodillo caliente a 150°C en un factor de 3.5. De tal manera, se obtuvo la fibra de polipropileno que tenía una finura individual de 2 denier. Se impregnó la fibra



de polipropileno obtenida usando un agente tensioactivo, sal normal de metal de fosfato de alquilo, se dejó reposar durante la noche y se secó al aire, y se cortó en 6 mm o 10 mm. Antes de cortarla, se midió el grado de resistencia del hilo estirado, seco.

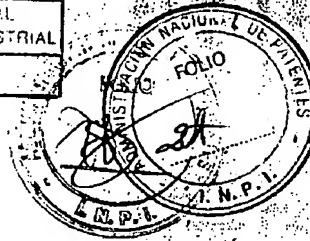
Se formó una lechada de 8 litros de cemento mezclando 680 g de cemento Portland regular, 17 g de pulpa, 170 g de fibra inorgánica, 8.5 g de fibras cortas descritas en lo que antecede con 7.2 litros de agua. (En el ejemplo 5 y en el ejemplo comparativo 9, se usaron 13 g de fibras cortas y en el ejemplo comparativo 3 se usaron 2.6 g de fibras. En el ejemplo comparativo 8, se usaron 8.5 g de fibra de vinilón para refuerzo que tenía 2 denier y una longitud de 6 mm en el ejemplo comparativo 98, 13 g de fibra de vinilón para refuerzo que tenía 2 denier y longitud de 6 mm, y en el ejemplo comparativo 7, se usaron 43 g de asbesto. Adicionalmente, se añadieron 20 ml de agente floculante a la lechada de cemento. (marca registrada: IK-Flock, Ichikawa Keori Co). Se vertió la lechada de cemento mencionada en un recipiente de ocho moldes que tenía un área de base de 250 mm x 250 mm. Se deshidrató la lechada de cemento mencionada arriba, haciéndola pasar a través de una tela de alambre con malla 60, en forma de papel, se tendió el residuo, uno después de otro, en ocho capas, colocando el lado superior hacia arriba. Se obtuvieron artículos semiplásticos formados que tenían un espesor de



Los resultados se dan en los cuadros 2 y 3 que siguen.

[illegible]

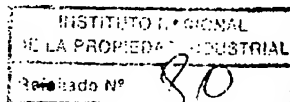
27.



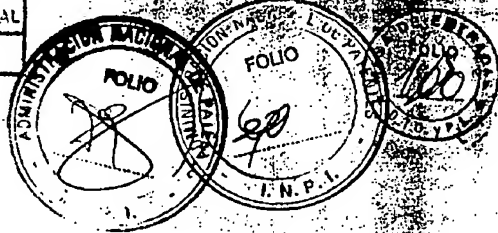
CUADRO 2 (cont.)

CUADRO 3

Ejemplo Comparativo No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Polipropileno							(+1)	(+2)	(+3)
El valor de Q	3.5	3.5	3.5	4.0	4.0	4.0	---	---	---
HI (%)	98	98	98	97	97	97	---	---	---
IPF (%)	97	97	97	94	94	94	---	---	---
MFR (g/10 minutos)	15	15	15	15	15	15	---	---	---
El p.f. (°C)	165	165	165	163	163	163	---	---	---
La proporción de estira- miento (veces)	4.5	4.5	4.5	4.3	4.3	4.3	---	---	---
El desempeño del denier de fibra (d)	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	1.9	---	2.1	2.1
La resistencia a la ro- tura (g/d)	9.4	9.4	9.4	9.4	6.0	6.8	---	9.0	9.0
La extensión a la rotu- ra (%)	25	25	25	34	29	25	---	---	---
El agente tensioactivo: tipo	D	A	A	A	A	A	---	ninguno	---
la cantidad de adhe- rencia (%)	3.0	0.03	0.5	0.5	0.5	0.5	---	---	---
Longitud de fibra (mm)	6	6	6	6	6	6	---	6	6



22



CUADRO 3 (cont.)

Ejemplo Comparativo No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
La proporción de fibra flotante (%)	20	12	0	0	0	0	0	0	0
La capacidad de dispersión	x	Δ	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙
La apariencia superficial	x	○	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙	⊙
La resistencia a la flexión (kg/cm ²)		170	175	175	175	175	180	180	180
La resistencia al impacto Charpy (kg-cm/cm ²)	2.8	2.7	2.6	2.6	3.0	3.2	1.7	2.5	3.3

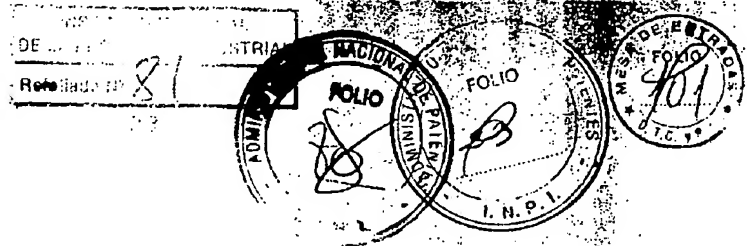
(*1) Asbesto añadido: 43 g.

(*2) fibras de vinilón añadidas (2 denier, 6 mm de largo) 8.5 g

(*3) fibras de vinilón añadidas (2 denier, 6 mm de largo) 13 g.

En la evaluación, se midió la proporción de fibras flotantes de la siguiente manera: Se colocó la lechada de cemento preparada en una condición estática, durante 10 minutos, y se sacó la fibra flotante en la capa clara en la parte superior de la lechada de cemento, con una tela de alambre y se midió el peso de la fibra A. Se calculó la proporción de fibra flotante mediante la fórmula $100 A/B$ (peso de la fibra que se puso en la lechada de cemento).

Se evaluó la capacidad de dispersión observando la desigualdad de la superficie de los artículos formados semiplásticos, que fueron obtenidos desaguando la lechada después que se vertió la lechada en el recipiente del molde.



⊙ representa una superficie de calidad excelente de los artículos formados semiplásticos, con respecto a la uniformidad;

○ representa una superficie de buena calidad de los artículos formados, semiplásticos, con respecto a la uniformidad;

Δ representa una superficie de regular calidad de los artículos semiplásticos, formados, con respecto a la uniformidad;

X representa una superficie de calidad deficiente, que expresa el estado de la superficie de los artículos formados semiplásticos, con respecto a la uniformidad.

Se evaluó la apariencia del producto observando el interior y el exterior del producto de cemento después de que curó.

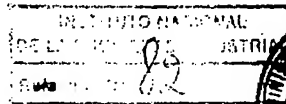
⊙ representa una superficie de excelente calidad del producto con respecto a la exposición de la fibra;

○ representa una superficie de buena calidad del producto con respecto a la exposición de la fibra;

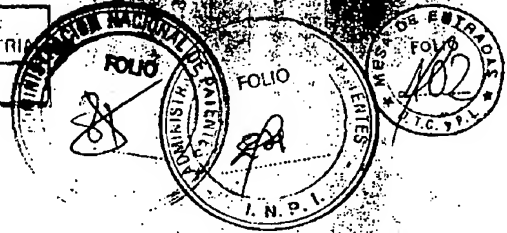
Δ representa una superficie de regular calidad del producto con respecto a la exposición de la fibra;

X representa una superficie de mala calidad del producto con respecto a la exposición de la fibra.

Se midió la resistencia a la flexión de acuerdo con JIS-A-1403.



24



Se midió la resistencia al impacto Charpy de acuerdo con JIS-B-7722.

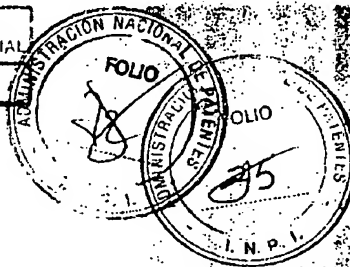
Los ejemplos y los ejemplos comparativos mostrados en la figura 2 y en la figura 3 comprenden 8.5 g de fibra de polipropileno de la invención en 8 litros de lechada de cemento. Sin embargo, en el ejemplo 5, se incluyeron 12 g de fibra de polipropileno en la lechada de cemento, y en el ejemplo comparativo 9, se incluyeron 2.6 g de la fibra de polipropileno en la lechada de cemento. En el ejemplo comparativo 7, se incluyeron 43 g de asbesto en el ejemplo comparativo 8, 8.5 g de fibra de vinilo y en el ejemplo comparativo 9, 13 g de fibra de vinilón, fueron incluidos en la lechada de cemento. En la figura 2 y en la figura 3 se describieron los agentes tensioactivos que siguen:

- A: laurilfosfato de potasio
- B: decilfosfato de potasio
- C: tridecilfosfato de potasio
- D: éter de polioxi-etilen-fenol.

Aparentemente, como se muestra en el cuadro 2 y en el cuadro 3, los ejemplos 1 a 10 satisficieron las condiciones de la invención y tuvieron resultados satisfactorios, tales como la capacidad de dispersión de la fibra, la apariencia de la superficie, la resistencia a la flexión y la resistencia al impacto Charpy. En comparación con los ejemplos mencionados arriba, en el ejemplo comparativo 1, el éter de

DE LA FOLIO	SERIAL
Revisado por	83

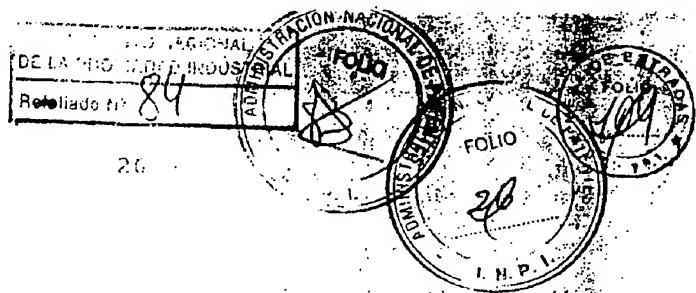
25



polioxi-etilenofenol se adhirió a la superficie de la fibra como agente tensioactivo y, como resultado, la proporción de fibra flotante fue alta. Así pues, la capacidad de dispersión de la fibra, la apariencia de la superficie, la resistencia a la flexión y la resistencia al impacto Charpy no fueron satisfactorias. En el ejemplo comparativo 2, la capacidad de dispersión de la fibra no fue satisfactoria y la resistencia al impacto Charpy fue mala por cuanto la cantidad de agente tensioactivo adherido fue pobre y la proporción de fibra flotante fue alta. En el ejemplo comparativo 3, la resistencia al impacto de Charpy fue mala y la cantidad de fibra que se puso en la lechada de cemento fue muy baja. En los ejemplos comparativos 4, 5 y 6, se usó fibra de polipropileno convencional y tanto la resistencia a la flexión como la resistencia al impacto Charpy fueron malas. En los ejemplos comparativos 7, 8 y 9, se usó fibra convencional reforzada y la resistencia al impacto Charpy fue insatisfactoria.

EJEMPLOS 11 Y 12, EJEMPLOS COMPARATIVOS 10 A 15

El artículo formado, prensado, semiplástico, hecho mediante el mismo procedimiento del ejemplo 1, y el artículo formado semiplástico, hecho mediante formación parecida a papel húmedo, espesor de 5 mm, fueron curados a 160°C durante 18 horas y luego fueron evaluados. El resultado de la evaluación está descrito en el cuadro 4.



CUADRO 4

	Ejemplo No.		Ejemplo comparativo No.					
	11	12	10	11	12	13	14	15
El artículo semiplástico formado	Ej. 1	Ej. 1	Ej. 6	Ej. 6	Ej. 7	Ej. 7	Ej. 8	Ej. 8
Moldeado por presión	⊙	no	⊙	no	⊙	no	⊙	no
La resistencia a la flexión (kg/cm ²)	200	150	190	110	180	10	(+4)	(+4)
la resistencia al impacto Charpy (kg-cm/cm ²)	4.2	3.5	3.5	3.0	1.8	2.0	(+4)	(+4)

(+4) Las fibras fueron eliminadas por descomposición.

Aparentemente, tal como se muestra en el cuadro 4, los ejemplos 11 y 12 tuvieron resultados satisfactorios, tales como la resistencia a la flexión y la resistencia al impacto Charpy. Especialmente el ejemplo 11, en el cual el sustrato fue moldeado a presión, tuvo un resultado más satisfactorio. Los resultados de los ejemplos comparativos 10 a 15, no fueron satisfactorios, en comparación con los de los ejemplos anteriormente mencionados. Los sustratos de los ejemplos comparativos 10 a 15 fueron moldeados por presión.

EJEMPLOS 13 Y 14 Y EJEMPLOS COMPARATIVOS 16 A 19

Se hicieron 8 litros de lechada de cemento mezclando 510 g de cemento Portland regular, 340 g de arena de sílice, 17 g de pulpa y 8.5 g de la fibra de los ejemplos comparativos y

INSTITUTO NACIONAL
DE LA PROMOCIÓN INDUSTRIAL

Revisado N° 85

- 27 -

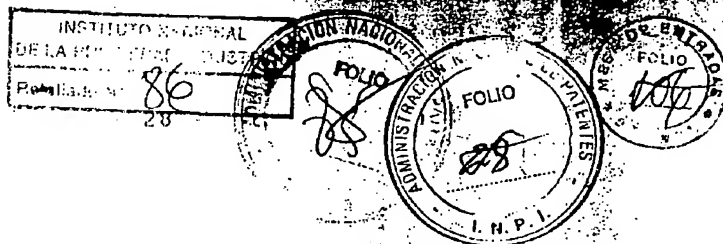


3, con 7.2 litros de agua. Además, se añadió 0.02 por ciento en peso de 20 ml de agente floculante a la lechada de cemento. Se vertió la lechada de cemento mencionada anteriormente en recipiente con 10 moldes. Se eliminó el agua de la lechada de cemento mencionada arriba, haciéndola pasar a través de una tela de alambre con malla 60. Así, se obtuvieron artículos formados semi-plásticos que tenían un espesor de alrededor de 5 mm. Se curó el artículo formado mencionado arriba, por curación natural (C-1), dejándolo en estado húmedo durante 28 días y luego se curó en autoclave (C-2), dejándolo a 160°C durante 10 horas. Se evaluaron los productos de los artículos formados. Los resultados están mostrados en el cuadro 5.

CUADRO 5

	Ejemplo No.		Ejemplo Comparativo No.			
	13	14	16	17	18	19
Artículo semi-plástico formado	Ej.1	Ej.1	6	6	8	8
Método de curación	C-1	C-2	C-1	C-2	C-1	C-2
Resistencia a la flexión (kg/cm ²)	105	105	105	115	121	(+5)
Resistencia al impacto Charpy (kg-cm/cm ²)	6.7	5.8	2.9	2.8	2.8	(+5)
(+5) Las fibras fueron eliminadas por descomposición.						

Aparentemente, como se muestra en el cuadro 5, los ejemplos 13 y 14 tuvieron resultados satisfactorios, demostrados por la resistencia a la flexión y la resistencia al



impacto Charpy. Los resultados de los ejemplos comparativos 16 a 19, tanto naturalmente curados como curados en autoclave, no fueron tan satisfactorios como los de los ejemplos de la invención.

EJEMPLOS 15 Y 16 Y EJEMPLO COMPARATIVO 20

Se usaron polímeros que tenían diferentes clases de fibra de polipropileno y se compararon los resultados. Se midieron los valores Q de acuerdo con las condiciones mencionadas antes. El peso molecular promedio de número, el peso molecular promedio de peso, el valor de Q y de MFR de los polímeros de los ejemplos 15 y 16 y del ejemplo comparativo 20, están mostrados en el cuadro 6.

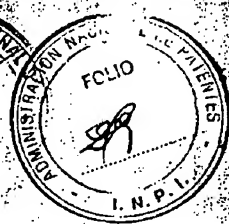
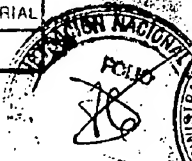
Los artículos de cemento formados fueron fabricados usando el mismo procedimiento que en el ejemplo 14. El resultado está mostrado en el cuadro 6.

CUADRO 6

Ejemplo No.	15	16	Ej. Compar. 20
Polipropileno			
El valor de Q	3.5	4.5	6.0
MI (%)	98	98	98
IPF (%)	97	97	97
MFR (g/10 minutos)	15	15	15
El p.f. (°C)	165	165	165

INSTITUTO VENEZOLANO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL
Procedimiento 84

29



la proporción de estiramiento
(veces)

4.5

4.3

3.7

CUADRO 6 (cont.)

El desempeño del denier de

fibra (d)

1.9

1.9

1.9

La resistencia a la rotura

(g/d)

9.4

8.5

6.5

La extensión a la rotura (%)

25

30

45

El agente tensioactivo

Tipo

A

A

A

Cantidad de adhesión (%)

0.5

0.5

0.5

Longitud de la fibra (mm)

6

6

6

La proporción de fibra flo-

tante (%)

0

0

0

La capacidad de dispersión

⊙

⊙

⊙

La apariencia superficial

⊙

⊙

⊙

La resistencia a la flexión

(kg/cm²)

190

180

175

La resistencia al impacto

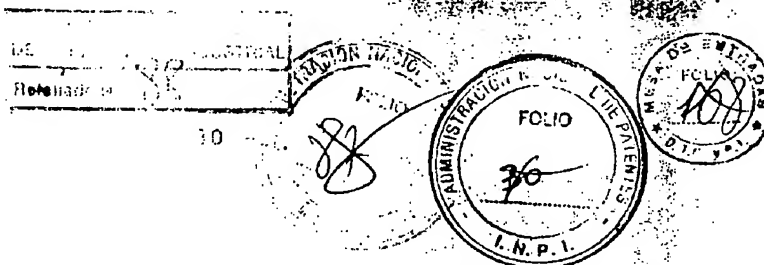
Charpy (kg-cm/cm²)

3.7

3.5

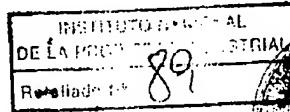
3.0

Como se muestra en el cuadro 6, la fibra de polipropileno de la invención tuvo una naturaleza excelente $Q < 5$. De acuerdo con la invención, la fibra de polipropileno en los ejemplos fue benéfica para uso en el refuerzo de cemento, ya que la fibra de polipropileno estaba dispersada

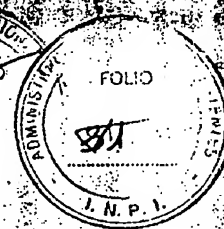


preferentemente, mezclando bien con la lechada de cemento. Incluso la fibra de polipropileno sola era altamente hidrófoba y la densidad específica de la fibra de polipropileno fue baja. Especialmente en el proceso de fabricación de los artículos de cemento formados, mediante el método de formación de papel húmedo, el efecto reforzador fue mostrado cuando la fibra de polipropileno no flotó y el producto tuvo una excelente apariencia superficial y la fibra de entrada se dispersó uniformemente. La fibra de polipropileno de la invención fue más fuerte que la fibra de polipropileno convencional, por el refuerzo. Así, la fibra de polipropileno de la invención fue excelente en la resistencia a la flexión y la resistencia al impacto. La fibra para reforzar cemento fue obtenida utilizando el carácter de resistencia a la alcalinidad y proporcionando una dispersión en la lechada de cemento para una fibra de polipropileno extremadamente fuerte y altamente cristalina, que tenía más de 6 g/denier de resistencia a la rotura y excelente tenacidad. Así pues, el artículo de cemento formado que tenía excelente resistencia a la flexión y resistencia al impacto Charpy, es obtenido.

La resistencia a la flexión y la resistencia al impacto de los artículos de cemento formados no son necesariamente altas si la resistencia a la rotura de la fibra reforzadora es elevada. Al comparar el ejemplo 8 y el ejemplo comparativo 6, la resistencia a la rotura de la fibra de

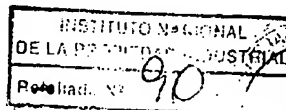


- 31 -

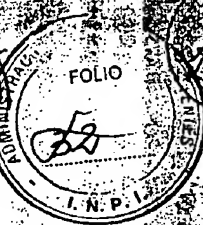


ejemplo 3 fue de 6.5 g/denier, la del ejemplo comparativo 5 fue 6.8 g/d, la del ejemplo comparativo 6 fue 7.8 g/d. Como se muestra en la comparación mencionada, la resistencia a la rotura de los ejemplos comparativos fue mucho mayor que la del ejemplo. Sin embargo, la resistencia a la flexión y la resistencia al impacto Charpy del artículo de cemento formado que fue reforzado con la fibra de polipropileno convencional, relativamente fuerte, de los ejemplos comparativos, fueron inferiores a las del ejemplo 8. Se supuso que el resultado anteriormente mencionado se debía a la excelente rigidez del polipropileno altamente cristalino de la invención.

De acuerdo con la invención, la fibra de polipropileno que tiene elevada resistencia a la rotura y una excelente afinidad con el cemento, puede ser obtenida. La fibra de polipropileno puede ser extremadamente reforzada por estiramiento, ya que la fibra de polipropileno tiene una distribución angosta de peso molecular, $M_w/M_n < 5$ y se regula el peso molecular. Además, la orientación de la fibra de polipropileno durante el estiramiento puede ser mejorada ya que la fibra de polipropileno tiene menos componentes de baja cristalinidad y estereoregularidad extremadamente alta. Como resultado, se puede obtener fibra de polipropileno extremadamente fuerte, mediante un proceso de estiraje en seco que estira la fibra de polipropileno a una temperatura elevada (en donde no se efectúa la anastomosis del componente) y a una



32

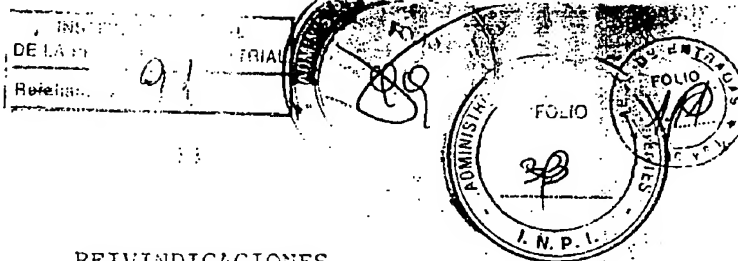


proporción de estiramiento elevada. Además, sustancialmente, el polipropileno es una fibra hidrófoba y tiene elevada estabilidad química y puede resistir la fuerte alcalinidad del cemento y también puede curar por calor.

Por razones similares, no se deteriora la dosis de fibra de polipropileno durante un periodo de tiempo prolongado. Además, de acuerdo con la invención, la resistencia del artículo de cemento reforzado, formado, cuya superficie está tratada con la sal fosfato de alquilo y curada naturalmente o por autoclave, se puede mejorar. Se puede obtener fibra reforzadora para cemento, cuya resistencia al impacto Charpy esté mejorada.

Como se ha mostrado, la invención es sumamente benéfica para la industria.

La invención puede ser incorporada en otras formas específicas sin salirse del espíritu de la invención ni de sus características esenciales. La presente modalidad debe considerarse en todos sentidos como ilustrativa y no como restrictiva, estando indicado el alcance de la presente invención mediante las reivindicaciones que siguen, más bien que por la descripción precedente, y todos los cambios que queden dentro del significado y rango de equivalencia de las reivindicaciones, se pretende que estén comprendidos en la presente.



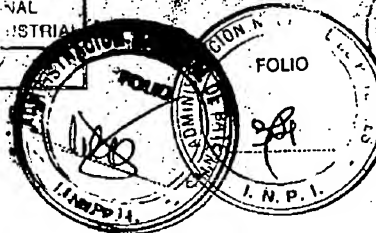
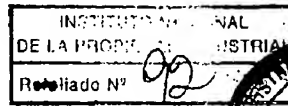
REIVINDICACIONES

Habiendo así especialmente descripto y determinado la naturaleza de la presente invención y la forma como la misma ha de ser llevada a la práctica, se declara reivindicar como de propiedad y derecho exclusivo.

1.- Una fibra de polipropileno para reforzar cemento, caracterizada porque comprende un hilo estirado de polipropileno altamente cristalino que tiene una resistencia a la rotura de la fibra de por lo menos 6 g/denier y que tiene $Q < 5$, $97 < HI < 100$ y $94 < IPF < 100$, en donde Q representa la proporción de peso molecular promedio de peso a peso molecular promedio de número; HI representa el contenido de insolubles de n-heptano en ebullición, en porcentaje en peso, e IPF representa la fracción de péntada isotáctica en 3 molar; comprendiendo la fibra de 0.05 a 10 por ciento en peso de un agente hidrofílicante, que es insolubilizado sobre la superficie de la fibra haciéndolo reaccionar con iones calcio.

2.- La fibra de polipropileno para reforzar cemento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque las fibras poseen una resistencia a la rotura de la fibra de 9 g/denier o más y están hechas de polipropileno altamente cristalino que tiene $Q \leq 4.5$, $HI \geq 98$ e $IPF \geq 96$.

3.- La fibra de polipropileno para reforzar cemento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque el agente hidrofílicante es una sal de metal alcalino de fosfato de alquilo con 8 a 18 átomos de carbono.



4.- La fibra de polipropileno para reforzar cemento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque tiene una finura de fibra en la escala de $0.5 < d \leq 20$, en donde d representa denier.

5.- La fibra de polipropileno para reforzar cemento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque la longitud de la fibra varía de 2 a 15 mm.

6.- La fibra de polipropileno para reforzar cemento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque la longitud de la fibra varía entre 5 y 10 mm.

7.- La fibra de polipropileno para reforzar cemento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque una sección de la fibra es sustancialmente circular o una sección irregular, sustancialmente en forma de X o una sección irregular, sustancialmente en forma de Y.

8.- La fibra de polipropileno para reforzar cemento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque la fibra está formada con rizo.

9.- La fibra de polipropileno para reforzar cemento de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque la fibra comprende cargas.

P. DAIWABO CREATE CO., LTD.

Cal. A. Alonso
CARLOS A. ALONSO

323088

INSTITUTO NACIONAL
DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL
Revisado N° 93

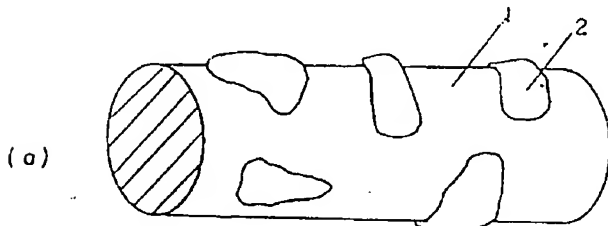


FIG. 1

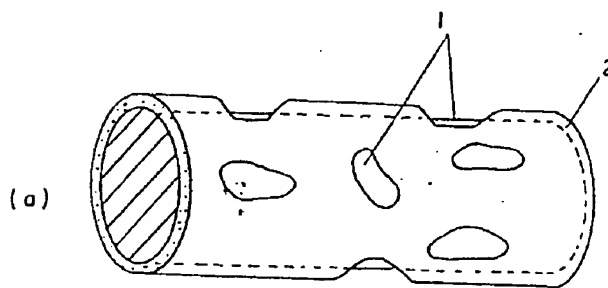
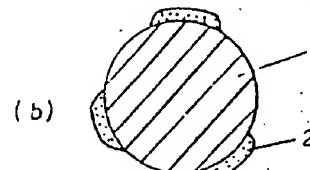


FIG. 2

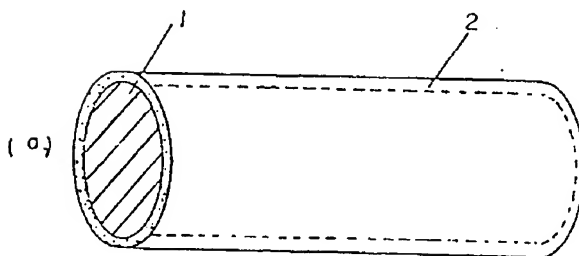
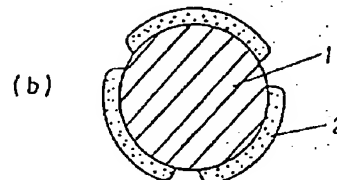


FIG. 3

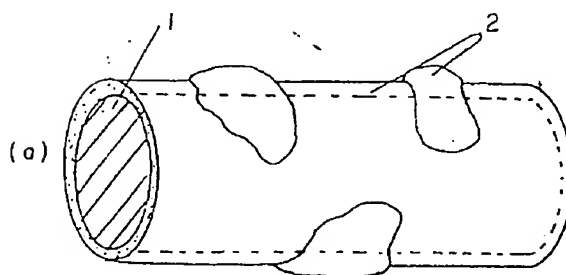
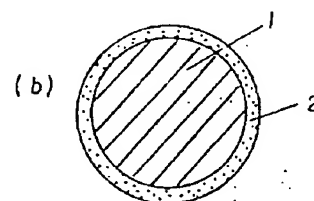
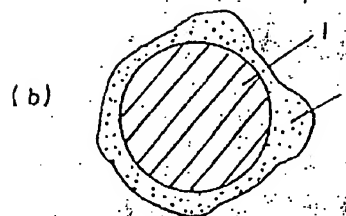


FIG. 4



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.